



Suivi en ligne de la réaction de précipitation de la silice par spectroscopie multi-angle

La fabrication de silice est une application industrielle à fort enjeu. Les propriétés physiques de la silice comme la taille, la surface spécifique ainsi que la porosité font d'elle un produit à forte valeur ajoutée, qui peut être utilisé pour de nombreuses applications. L'étape de réaction de précipitation est cruciale dans la chaîne de production de la silice car les principales caractéristiques du produit final en dépendent. Le suivi en ligne de cette réaction ainsi que la compréhension de ses mécanismes représentent une étape critique du procédé que l'on va chercher à analyser.

Objectif : suivi qualitative de la taille de particules de silice précipitées

L'utilisation de la technologie SAM-Spec® permet d'approfondir la compréhension des phénomènes de diffusion qui ont lieu au cours de la réaction de précipitation de la silice.

Ceci permet de suivre en temps réel l'évolution de la taille des particules dans le milieu réactionnel ainsi que la détermination du point de gel.

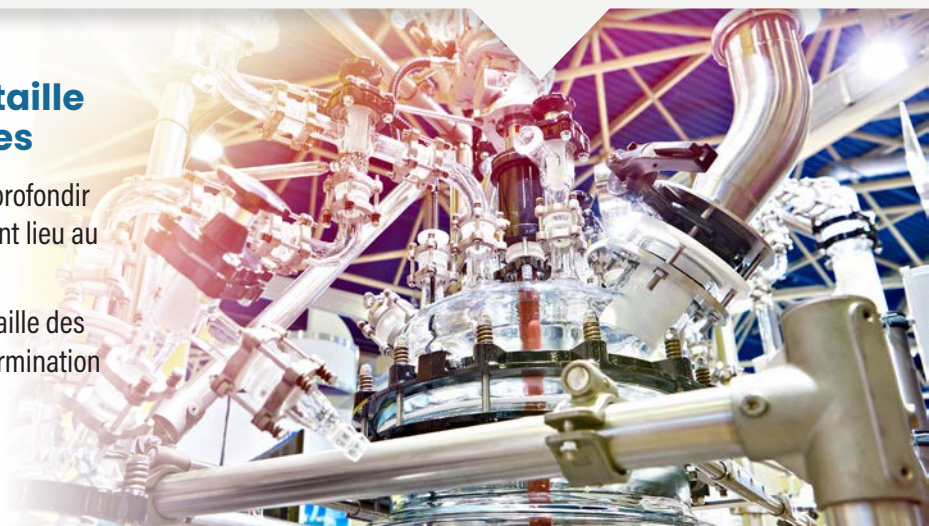
SFX-IM : la solution multi-angle de suivi en ligne des paramètres critiques

Indatech fournit une solution d'inspection unique, capable de contrôler à la fois des caractéristiques physiques et chimiques des liquides.

La sonde SFX-IM permet d'effectuer des analyses rapides et non destructives, en ligne.

Elle est capable de :

- mesurer jusqu'à 7 angles différents en transmission et/ou en réflexion
- apporter des informations relatives à la densité et la taille moyenne des particules
- faire des acquisitions simultanées des points de mesure extrêmement rapide (< 10 ms)



Mesure en ligne de la réaction de précipitation : comment ?

La réaction de précipitation de la silice passe toujours par la neutralisation d'une solution aqueuse de silicate de sodium par de l'acide sulfurique.

Toutes les synthèses ont été réalisées sur un pilote de laboratoire dans un réacteur agité de 25 litres. Une solution aqueuse de sulfate de sodium a été préparée et mise dans le pied de cuve du réacteur avant l'ajout des réactifs. Ensuite les ajouts de réactifs se sont faits alternativement selon le protocole défini par l'industriel. La sonde SFX-IM a été installée à la verticale sur le raccord d'une boucle rapide, fabriqué sur mesure pour les essais (Cf. figure 01).

La sonde est reliée à un spectromètre « Hy-Ternity », qui permet d'acquérir simultanément les spectres proche-infrarouge de tous les angles dans la gamme spectrale de 900 à 1650 nm.

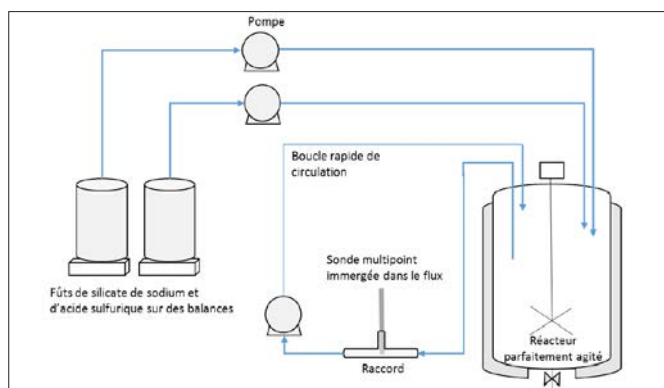


Figure 1 :

Schéma du montage expérimental pour le suivi en ligne des synthèses

Résultat et discussion

Pour affiner l'étude du suivi de la réaction de précipitation avec la sonde multipoints, une Analyse en Composantes Communes et Poids Spécifiques (ACCPS) a été appliquée.

Cette analyse multivariée permet de trouver des dimensions communes aux angles. Le résultat obtenu est un compromis résultant des scores et des loadings individuels.

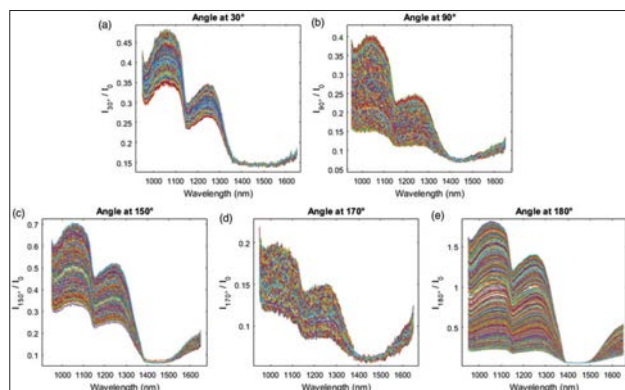


Figure 2 :

Spectres proche-infrarouge du batch obtenus avec cinq angles

Pour plus d'informations, nous vous invitons à consulter le document de recherche : Rey-Bayle, M., Bendoula, R., Caillol, N. & Roger, J. M. (2019). Multiangle near infrared spectroscopy associated with common components and specific weights analysis for in line monitoring. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 27(2), 134-146. <https://doi.org/10.1177/0967033519830062>



Nos équipes INDATECH
seront ravies de répondre à vos questions
par téléphone **+33 4 80 78 01 40**

Le suivi des scores globaux a permis d'identifier différents régimes de diffusion selon la dimension.

(Cf. Figure 03)

La première dimension met en avant la diffusion multiple des photons, tandis que la seconde dimension représente la diffusion simple. Cette seconde dimension est très précise et permet de détecter le point de gel sans équivoque.

Enfin la troisième dimension est en lien direct avec le coefficient d'anisotropie, et donc à la taille des particules au cours de la réaction de précipitation.

L'ensemble des informations obtenues aux trois dimensions atteste de la complémentarité des angles pour le suivi de cette réaction et de l'intérêt de la sonde multipoints.

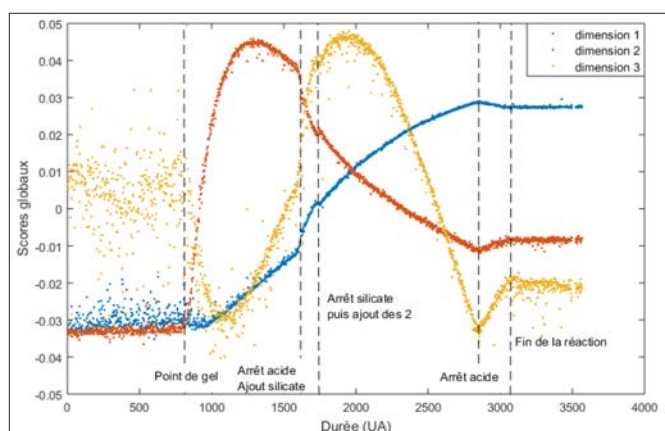


Figure 3 :

Scores communs aux différentes dimensions en fonction de la durée du batch avec mise en parallèle des actions liées au déroulement de la réaction

Avantages des sondes SFX-IM

La technologie SAM-SPEC multi-angle propose une solution flexible pour le contrôle en ligne de procédés de précipitation/cristallisation :

- Mesure multi-angle qui permet de suivre l'évolution de la taille des particules grâce aux différents phénomènes de diffusion de la lumière
- Une spectroscopie NIR ou UV-Vis associée à la chimiométrie permettant la caractérisation physico-chimique du produit d'intérêt

